

BEST AVAILABLE COPY

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①⑪ N° de publication :

2 808 446

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②① N° d'enregistrement national :

00 05790

⑤① Int Cl⁷ : A 61 K 47/32, A 61 K 7/48, 9/107

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 05.05.00.

③③ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 09.11.01 Bulletin 01/45.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑥⑥ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : SOCIÉTÉ D'EXPLOITATION DE PRO-
DUITS POUR LES INDUSTRIES CHIMIQUES SEPPIC
Société anonyme — FR.

⑦② Inventeur(s) : TABACCHI GUY, BOITEUX JEAN
PIERRE, AMALRIC CHANTAL, MICHEL NELLY et
MALLO PAUL.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : L'AIR LIQUIDE SOCIÉTÉ ANONYME
POUR L'ÉTUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉ-
DÉS GEORGES CLAUDE.

⑤④ LATEX INVERSES SUR HUILES BLANCHES MINÉRALES, SQUALANE, POLYISOBUTÈNE HYDROGÈNE, ISOHEXADÉCANE OU ISODODÉCANE, COMPOSITIONS COSMÉTIQUES OU PHARMACEUTIQUES EN COMPORTANT.

⑤⑦ Composition comprenant une phase huile, une phase aqueuse, au moins un agent émulsifiant de type eau dans huile (E/H), au moins un agent émulsifiant de type huile dans eau (H/E), sous forme d'un latex inverse auto-inversible comprenant de 20% à 70% en poids, et de préférence de 25% à 50% en poids, d'un polyélectrolyte branché ou réticulé, caractérisé en ce que ledit polyélectrolyte est, soit un homopolymère à base d'un monomère possédant une fonction acide fort partiellement ou totalement salifiée, soit un copolymère à base d'au moins un monomère possédant une fonction acide fort partiellement ou totalement salifiée, copolymérisé avec l'acrylamide et caractérisé en ce que le solvant constitutif de la phase huile est choisi parmi les huiles blanches minérales, le squalane, le polyisobutène hydrogéné, l'isohexadécane ou l'isododécane. Composition cosmétique, dermocosmétique, dermopharmaceutique ou pharmaceutique en comportant.

FR 2 808 446 - A1



5 La présente demande concerne des latex inverses eau dans huile, leur procédé de préparation et leur application en tant qu'épaississants et/ou émulsionnants pour des produits de soins de la peau et des cheveux et pour la fabrication de préparations cosmétiques, dermocosmétiques, dermopharmaceutiques ou pharmaceutiques.

10 Des polymères épaississants synthétiques, se présentant sous forme de latex inverses, sont décrits comme pouvant être utilisés dans la fabrication de compositions topiques, dans les demandes de brevet français publiées sous les numéros 2721511, 2733805, 2774688, 2774996 et 2782086 ainsi que dans la demande de brevet européen publiée sous le numéro EP 0 503 853.

15 Cependant, certains d'entre eux engendrent parfois des réactions d'intolérance de certaines peaux sensibles.

 C'est pourquoi la demanderesse s'est intéressée à la recherche de nouvelles émulsions de polymères, qui soient mieux tolérées par la peau que celles de l'état de la technique.

20 L'invention a pour objet une composition comprenant une phase huile, une phase aqueuse, au moins un agent émulsifiant de type eau dans huile (E/H), au moins un agent émulsifiant de type huile dans eau (H/E), sous forme d'un latex inverse auto-inversible comprenant de 20% à 70% en poids, et de préférence de 25% à 50% en poids, d'un polyélectrolyte branché ou réticulé, caractérisé en ce
25 que ledit polyélectrolyte est, soit un homopolymère à base d'un monomère possédant une fonction acide fort partiellement ou totalement salifiée, soit un copolymère à base d'au moins un monomère possédant une fonction acide fort partiellement ou totalement salifiée, copolymérisé avec l'acrylamide et caractérisé en ce
30 que le solvant constitutif de la phase huile, est choisi parmi les huiles blanches minérales, le squalane, le polyisobutène hydrogéné, l'isohexadécane ou l'isododécane.

 L'isohexadécane, qui est identifié dans Chemical Abstracts par le numéro RN = 93685-80-4, est un mélange d'isoparaffines en C₁₂, C₁₆ et C₂₀ contenant au

moins 97% d'isoparaffines en C₁₆, parmi lesquelles le constituant principal est le 2,2,4,4,6,8,8-heptaméthyl nonane (RN = 4390-04-9). Il est commercialisé en France par la société Bayer.

L'isododécane est commercialisé en France par la société Bayer.

5 Le polyisobutène hydrogéné est commercialisé en France par la société Ets B. Rossow et Cie sous le nom PARLEAM - POLYSYNLANE™. Il est cité dans : Michel and Irene Ash ; Thesaurus of Chemical Products, Chemical Publishing Co , Inc. 1986 Volume I, page 211 (ISBN 0 7131 3603 0).

10 Le squalane est commercialisé en France par la société SOPHIM, sous le nom PHYTOSQUALAN™. Il est identifié dans Chemical Abstracts par le numéro RN = 111-01-3. C'est un mélange d'hydrocarbures contenant plus de 80% en poids de 2,6,10,15,19,23-hexaméthyl tétracosane.

Par huile blanche minérale on entend dans le cadre de la présente invention, une huile blanche minérale conforme aux réglementations FDA 21 CFR
15 172.878 et FR 178.3620(a).

L'invention a plus particulièrement pour objet une composition telle que définie précédemment, dans laquelle l'huile blanche minérale constitutive de la phase huile est le MARCOL™52. Le MARCOL™52 est une huile commerciale répondant à la définition des huiles de vaseline du CODEX français.

20 Selon un deuxième aspect particulier de la présente invention, le solvant constitutif de la phase huile du latex inverse, est le polyisobutène hydrogéné.

Selon un troisième aspect particulier de la présente invention, le solvant constitutif de la phase huile du latex inverse, est le squalane.

25 Selon un quatrième aspect particulier de la présente invention, le solvant constitutif de la phase huile du latex inverse, est l'isohexadécane.

Selon un cinquième aspect particulier de la présente invention, le solvant constitutif de la phase huile du latex inverse, est l'isododécane.

30 Par polymère branché, on désigne un polymère non linéaire qui possède des chaînes pendantes de manière à obtenir, lorsque ce polymère est mis en solution dans l'eau, un fort état d'enchevêtrement conduisant à des viscosités à bas gradient très importantes.

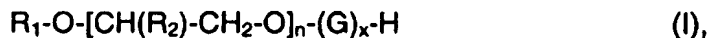
Par polymère réticulé, on désigne un polymère non linéaire se présentant à l'état de réseau tridimensionnel insoluble dans l'eau, mais gonflable à l'eau et conduisant donc à l'obtention d'un gel chimique.

La composition selon l'invention peut comporter des motifs réticulés et/ou
5 des motifs branchés.

Par "agent émulsifiant du type eau dans huile", on désigne des agents émulsifiants possédant une valeur de HLB suffisamment faible pour fournir des émulsions eau dans huile tels que les polymères tensioactifs commercialisés sous le nom de HYPERMER™ ou tels que les esters de sorbitan, comme le monooléate
10 de sorbitan commercialisé par la Société SEPPIC sous le nom de marque MONTANE 80™ ou l'isostéarate de sorbitan commercialisé par SEPPIC sous le nom de MONTANE 70™. On peut aussi adjoindre à ces agents émulsifiants, l'oléate de sorbitan éthoxylé avec 5 moles d'oxyde d'éthylène, commercialisé par la société SEPPIC sous le nom de MONTANOX™ 81.

15 Par "agent émulsifiant du type huile dans eau", on désigne des agents émulsifiants possédant une valeur de HLB suffisamment élevée pour fournir des émulsions huile dans l'eau tels que les esters de sorbitan éthoxylés comme l'oléate de sorbitan éthoxylé avec 20 moles d'oxyde d'éthylène, commercialisé par la société SEPPIC sous le nom de MONTANOX™80, l'huile de ricin éthoxylée à
20 40 moles d'oxyde d'éthylène commercialisée par la société SEPPIC sous le nom de SIMULSOL™ OL 50, le laurate de sorbitan éthoxylé à 20 moles d'oxyde d'éthylène commercialisé par la société SEPPIC sous le nom de MONTANOX™20 ou l'alcool laurique éthoxylé à 7 moles d'oxyde d'éthylène, commercialisé par la société SEPPIC sous le nom de SIMULSOL™ P7.

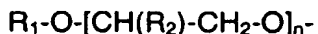
25 Comme agents émulsifiants possédant une valeur de HLB suffisamment élevée pour fournir des émulsions huile dans l'eau, il y a aussi les composés de formule (I) :



dans laquelle R_1 représente un radical hydrocarboné linéaire ou ramifié, saturé ou
30 insaturé comprenant de 1 à 30 atomes de carbones, R_2 représente un atome d'hydrogène ou radical alkyle comprenant 1 ou 2 atomes de carbone, G représente le reste d'un saccharide, x représente un nombre décimal compris entre 1 et 5, et n est égal, soit à zéro, soit à un nombre entier compris entre 1 et 30.

Par reste d'un saccharide, on désigne pour G, un radical bivalent résultant de l'enlèvement sur une molécule de sucre, d'une part d'un atome d'hydrogène d'un groupe hydroxyle et d'autre part du groupe hydroxyle anomérique. Le terme saccharide désigne notamment le glucose ou dextrose, le fructose, le mannose, le galactose, l'altrose, l'idose, l'arabinose, le xylose, le ribose, le gulose, le lyxose, le maltose, le maltotriose, le lactose, le cellobiose, le dextrane, le talose, l'allose, le raffinose, le lévoglucane, la cellulose ou l'amidon. La structure oligomérique (G)_x, peut se présenter sous toute forme d'isomérisation, qu'il s'agisse d'isomérisation optique, d'isomérisation géométrique ou d'isomérisation de position. Elle peut aussi représenter un mélange d'isomères.

Dans la formule (I) telle que définie précédemment, le radical :



est lié à G, par le carbone anomérique de manière à former une fonction acétal.

Le groupe divalent $-[CH(R_2)-CH_2-O]_n-$ représente, soit une chaîne composée uniquement de groupes éthoxyle ($R_2 = H$), soit une chaîne composée uniquement de groupes propoxyle ($R_2 = CH_3$), soit une chaîne composée à la fois de groupes éthoxyle et de groupes propoxyle. Dans ce dernier cas, les fragments $-CH_2-CH_2-O-$ et $-CH(CH_3)-CH_2-O-$ sont distribués dans ladite chaîne, de façon séquentielle ou aléatoire.

Le nombre x, qui représente dans la formule (I) le degré moyen de polymérisation du saccharide, est plus particulièrement compris entre 1 et 3, notamment entre 1,05 et 2,5, tout particulièrement entre 1,1 et 2,0 et de préférence, inférieur ou égal à 1,5.

Comme agents tensioactifs émulsifiants possédant une valeur de HLB suffisamment élevée pour fournir des émulsions huile dans l'eau, il y a plus particulièrement, les composés dans formule (I) telle que définie précédemment dans laquelle G représente le reste du glucose ou le reste du xylose et/ou dans laquelle n est égal à 0, et/ou dans laquelle R₁ représente un radical comportant de 8 à 18 atomes de carbone et plus particulièrement dans laquelle R₁ représente un radical choisis parmi les radicaux octyle, décyle, undécyle, dodécyle, tétradécyle ou hexadécyle, lesdits radicaux étant linéaires ou ramifiés.

Comme produits commerciaux contenant lesdits composés, il y a par exemple :

Le SIMULSOL™ SL8, commercialisé par la société SEPPIC, qui est une solution aqueuse contenant entre environ 35% et 45% en poids d'un mélange d'alkyl polyglycosides consistant en entre 45% en poids et 55% en poids d'un composé de formule (I), dans laquelle G représente le reste du glucose, x est égal à environ 1,45, n est égal à 0 et R₁ représente un radical décyle, et entre 45% en poids et 55% en poids d'un composé de formule (I), dans laquelle G représente le reste du glucose, x est égal à environ 1,45, n est égal à 0 et R₁ représente un radical octyle ;

Le SIMULSOL™ SL10, commercialisé par la société SEPPIC, qui est une solution aqueuse contenant entre environ 40% et 50% en poids d'un mélange d'alkyl polyglycosides, consistant en environ 85% en poids d'un composé de formule (I), dans laquelle G représente le reste du glucose, x est égal à environ 1,45, n est égal à 0 et R₁ représente un radical décyle, environ 7,5% en poids d'un composé de formule (I), dans laquelle G représente le reste du glucose, x est égal à environ 1,45, n est égal à 0 et R₁ représente un radical dodécyle et environ 7,5% en poids d'un composé de formule (I), dans laquelle G représente le reste du glucose, le nombre x est égal à environ 1,45, n est égal à 0 et R₁ représente un radical tétradécyle ;

Le SIMULSOL™ SL11, commercialisé par la société SEPPIC, qui est une solution aqueuse contenant entre environ 40% et 50% en poids d'un mélange d'alkyl polyglycosides de formule (I), dans laquelle G représente le reste du glucose, x est égal à environ 1,45, n est égal à 0 et R₁ représente un radical undécyle ; ou

Le SIMULSOL™ SL26, commercialisé par la société SEPPIC, qui est une solution aqueuse contenant entre environ 40% et 55% en poids d'un mélange d'alkyl polyglycosides consistant en environ 70% en poids d'un composé de formule (I), dans laquelle G représente le reste du glucose, x est égal à environ 1,45, n est égal à 0 et R₁ représente un radical dodécyle, environ 25% en poids d'un composé de formule (I), dans laquelle G représente le reste du glucose, x est égal à environ 1,45, n est égal à 0 et R₁ représente un radical tétradécyle et environ 5% en poids d'un composé de formule (I), dans laquelle G représente le reste du glucose, x est égal à environ 1,45, n est égal à 0 et R₁ représente un radical hexadécyle.

La fonction acide fort du monomère en comportant est notamment la fonction acide sulfonique ou la fonction acide phosphonique, partiellement ou totalement salifiée. Ledit monomère peut être par exemple, l'acide styrènesulfonique partiellement ou totalement salifié. Il est de préférence l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propanesulfonique partiellement ou totalement salifiée sous forme d'un sel de métal alcalin tel que par exemple le sel de sodium ou le sel de potassium, de sel d'ammonium ou d'un sel d'un amino alcool tel que par exemple le sel de monéthanolamine.

Selon un sixième aspect particulier de la présente invention, le polyélectrolyte compris dans le latex inverse tel que défini précédemment est un copolymère comportant en proportions molaires de 30% à 50% d'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propanesulfonique (AMPS™) salifié sous forme de sel de sodium ou de sel d'ammonium et de 50% à 70% d'acrylamide.

Selon un septième aspect particulier de la présente invention, le polyélectrolyte compris dans le latex inverse tel que défini précédemment est un homopolymère d'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propanesulfonique salifié sous forme de sel de sodium ou de sel d'ammonium.

L'invention a plus particulièrement pour objet une composition telle que définie précédemment, caractérisée en ce que le polyélectrolyte est réticulé et/ou branché avec un composé diéthylénique ou polyéthylénique dans la proportion molaire exprimée par rapport aux monomères mis en œuvre, de 0,005% à 1%, plus particulièrement de 0,01 % à 0,5 % et tout particulièrement de 0,1 % à 0,25 %. L'agent de réticulation et/ou l'agent de ramification est choisi parmi l'acide diallyloxyacétique ou un de ses sels comme le diallyloxyacétate de sodium, le diméthacrylate d'éthylèneglycol, le diacrylate d'éthylèneglycol, le diallyl urée, le triméthylol propanetriacrylate, le méthylène-bis(acrylamide), le triallylamine ou un mélange de ces composés.

Selon un huitième aspect particulier de la présente invention, le polyélectrolyte compris dans le latex inverse tel que défini précédemment est réticulé au triallylamine.

Le latex inverse tel que défini ci-dessus, contient généralement de 4% à 10% en poids, d'agents émulsifiants. Généralement de 20% à 50% et plus particulièrement de 25% à 40% du poids total des émulsifiants sont du type eau dans

huile et de 80% à 50% et plus particulièrement de 75 à 60% sont du type huile dans eau.

Sa phase huile représente de 15% à 40%, et de préférence de 20% à 25%, de son poids total. Ce latex peut en outre contenir un ou plusieurs additifs choisis
5 notamment parmi les agents complexants, les agents de transfert ou les agents limiteurs de chaînes.

L'invention a donc pour objet, une composition cosmétique, dermocosmétique, dermopharmaceutique ou pharmaceutique, caractérisée en ce qu'elle comprend au moins un composé épaississant, au moins un latex inverse tel que défini
10 précédemment.

La composition cosmétique, dermocosmétique, dermopharmaceutique ou pharmaceutique définie ci-dessus comprend généralement de 0,1 % à 10 % et plus particulièrement entre 0,5% et 5% en poids dudit latex inverse. Elle se présente notamment, sous la forme d'un lait, d'une lotion, d'un gel, d'une crème, d'un
15 savon, d'un bain moussant, d'un baume, d'un shampoing ou d'un après shampoing.

De façon générale, ledit latex inverse, peut remplacer avantageusement les produits vendus sous le nom SEPIGEL™ 305 ou SEPIGEL™ 501 par la demanderesse, dans les compositions cosmétiques, dermopharmaceutiques ou pharmaceutiques, car il présente aussi une bonne compatibilité avec les autres excipients
20 utilisés pour la préparation de formulations telles que les laits, les lotions, les crèmes, les savons, les bains, les baumes, les shampoings ou les après shampoings. Il peut aussi être utilisé en combinaison lesdits SEPIGEL

Il est notamment compatible avec les concentrés décrits et revendiqués dans les publications internationales WO 92/06778, WO 95/04592, W095/13863, WO
25 98/47610 ou FR 2734 496 ou avec les agents tensioactifs décrits dans WO 93/08204.

Il est particulièrement compatible avec le MONTANOV™ 68, le MONTANOV™ 82, le MONTANOV™ 202, le MONTANOV™ WO18, le
30 MONTANOV™ S ou le SEPIPERL™ N. Il peut également être utilisé dans des émulsions du type de celles décrites et revendiquées dans EP 0 629 396 et dans les dispersions aqueuses cosmétiquement ou physiologiquement acceptables avec un composé organo-polysiloxane choisi, par exemple parmi ceux décrits

dans WO 93/05762 ou dans WO 93/21316. Il peut également être utilisé pour former des gels aqueux à pH acide cosmétiquement ou physiologiquement acceptables, tels que ceux décrits dans WO 93/07856 ; il peut encore être utilisé en association avec des celluloses non-ioniques, pour former par exemple des gels de coiffage, tels que ceux décrits dans EP 0 684 024 ou encore en association avec des esters d'acides gras et de sucre, pour former des compositions pour le traitement du cheveux ou de la peau telles que celles décrites dans EP 0 603 019. ou encore dans les shampooings ou après shampooings tels que décrits et revendiqués dans WO 92/21316 ou enfin en association avec un homo polymère anionique tels que le CARBOPOL™ pour former des produits de traitement des cheveux comme ceux décrits dans DE 195 23596. Il est également compatible avec de nombreux principes actifs, tels que par exemple, les agents autobronzants comme le dihydroxyacétone (DHA) ou les agents anti-acné ; il peut donc être introduit dans des compositions auto-bronzantes comme celles revendiquées dans EP 0 715 845, EP 0604249, EP 0576188 ou dans WO 93/07902. Il est également compatible avec les dérivés N-acylés d'acides aminés, ce qui permet son utilisation dans des compositions apaisantes notamment pour peaux sensibles, telles que celles décrites ou revendiquées dans WO 92/21318, WO 94/27561 ou WO 98/09611. Il est aussi compatible avec les acides glycoliques, avec l'acide lactique, avec l'acide salicylique les rétinoïdes, le phénoxy éthanol, les sucres, le glycéraldéhyde, les xanthanes, les acides de fruit, et les divers polyols utilisés dans la fabrication de formulations cosmétiques.

L'invention a donc aussi pour objet, l'utilisation d'un latex inverse tel que défini précédemment, pour préparer une composition cosmétique, dermocosmétique, dermopharmaceutique ou pharmaceutique.

Les exemples qui suivent ont pour but d'illustrer la présente invention sans toutefois la limiter. Ils montrent que les nouveaux latex inverses n'irritent pas la peau et que leurs propriétés physiques permettent leur utilisation dans la préparation de compositions cosmétiques, dermopharmaceutiques ou pharmaceutiques plus particulièrement destinées au traitement des peaux sensibles.

A) Exemples de préparations de compositions selon l'invention**Exemple 1 : Latex Inverse d'un copolymère AMPS/acrylamide réticulé au méthylène bis(acrylamide), dans le squalane (Composition 1).**

5 **a)** - On charge dans un bécher sous agitation :

 - 288,0 g d'une solution commerciale d'acrylamide à 50%,

 - 363,0 g d'une solution commerciale à 55% de 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propanesulfonate de sodium,

10 - 0,45 g d'une solution aqueuse commerciale à 40% en poids de diéthylène-
netriaminepentacétate de sodium et

 - 0,09 g de méthylène bis(acrylamide).

 Le pH de cette solution aqueuse est ajustée à 5,0 par ajout d'environ 0,4 g d'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propanesulfonique.

b) - On prépare une phase organique en mélangeant :

15 - 247,7 g de squalane,

 - 19,5 g de MONTANE™ 80 VG,

 - 11,5g de MONTANOX™ 81 VG et

 - 0,27 g d'azo bis(isobutyronitrile).

c) - La phase aqueuse est introduite progressivement dans la phase organique et
20 l'ensemble est agité fortement au moyen d'un agitateur ULTRA-TURRAX™ commercialisé par IKA. L'émulsion obtenue est alors transférée dans un réacteur de polymérisation, soumise à un barbotage d'azote puis refroidit à environ 5-6°C. On ajoute alors 10 ml d'une solution contenant 0,28% en poids, d'hydroperoxyde de cumène dans le squalane, puis, après homogénéisation de la solution, une solu-
25 tion aqueuse de métabisulfite de sodium (2,5 g dans 100 ml d'eau) à raison de 0,5 ml/minute pendant environ 60 minutes et en laissant monter la température jusqu'à la température de polymérisation. On maintient alors le milieu réactionnel pendant environ 90 minutes à cette température, à l'issue desquelles le mélange obtenu est refroidi jusqu'à 35° environ. On introduit lentement 48,1 g d'oléate de
30 sorbitan éthoxylé à 20 moles (MONTANOX™ 80) et on obtient l'émulsion eau dans huile désirée.

Propriétés physiques

Viscosité dans l'eau à 3% du latex (Brookfield RVT Mobile 6, vitesse 5) :

$\eta = 100\,000$ mPas

Viscosité dans l'eau à 3% du latex (Brookfield RVT Mobile 6, vitesse 20) :

$\eta = 33\,800$ mPas.

5 **Exemple 2 : Latex inverse d'un copolymère AMPS/acrylamide réticulé au méthylène bis(acrylamide), dans le polyisobutène hydrogéné (Composition 2)**

a) - On charge dans un b cher sous agitation :

- 288,0 g d'une solution commerciale d'acrylamide   50%,
- 363,0 g d'une solution commerciale   55% de 2-m thyl 2-[(1-oxo 2-
10 prop nyl) amino] 1-propanesulfonate de sodium,
- 0,45 g d'une solution aqueuse commerciale   40% en poids de di thyl netriaminepentac tate de sodium et
- 0,09 g de m thyl ne bis(acrylamide).

Le pH de cette solution aqueuse est ajust e   5,0 par ajout d'environ 0,4 g
15 d'acide 2-m thyl 2-[(1-oxo 2-prop nyl) amino] 1-propanesulfonique.

b) - On pr pare une phase organique en m langeant :

- 235,5 g de polyisobut ne hydrog n ,
- 15,1 g de MONTANETM 80 VG,
- 7,4 g de MONTANOXTM 81 VG et
20 - 0,25 g d'azo bis(isobutyronitrile).

c) - La phase aqueuse est introduite progressivement dans la phase organique et l'ensemble est agit  fortement au moyen d'un agitateur ULTRA-TURRAXTM commercialis  par IKA. L' mulsion obtenue est alors transf r e dans un r acteur de polym risation, soumise   un barbotage d'azote puis refroidit   environ 5-6 C. On
25 ajoute alors 10 ml d'une solution contenant 0,28% en poids, d'hydroperoxyde de cum ne dans le polyisobut ne hydrog n , puis, apr s homog n isation de la solution, une solution aqueuse de m tabisulfite de sodium (2,5g dans 100 ml d'eau)   raison de 0,5 ml /minute pendant environ 60 minutes et en laissant monter la temp rature jusqu'  la temp rature de polym risation. On maintient alors le milieu
30 r actionnel pendant environ 90 minutes   cette temp rature,   l'issu desquelles le m lange obtenu est refroidi jusqu'  35  environ. On introduit lentement 25 g d'ol ate de sorbitan  thoxyl    20moles (MONTANOXTM 80) et on obtient l' mulsion eau dans huile d sir e.

Propriétés physiques

Viscosité dans l'eau à 3% du latex (Brookfield RVT Mobile 6, vitesse 5) :

η = 120 000 mPas

Viscosité dans l'eau à 3% du latex (Brookfield RVT Mobile 6, vitesse 20) :

5 η = 37 000 mPas.

Exemple 3 : Latex Inverse d'un copolymère AMPS/acrylamide réticulé au méthylène bis(acrylamide), dans le Marcol™52 (Composition 3).

a) - On charge dans un bécher sous agitation :

- 10 - 293,8 g d'une solution commerciale d'acrylamide à 50%,
 - 369,2 g d'une solution commerciale à 55% de 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propanesulfonate de sodium,
 - 0,45 g d'une solution aqueuse commerciale à 40% en poids de diéthylène-
 netriaminepentacétate de sodium et
15 - 0,131 g de méthylène bis(acrylamide).

Le pH de cette solution aqueuse est ajustée à 5,0 par ajout d'environ 0,4 g d'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propanesulfonique.

b) - On prépare une phase organique en mélangeant :

- 235,5 g de MARCOL™52,
20 - 15,1 g de MONTANE™ 80 VG,
 - 7,1 g de MONTANOX™ 81 VG et
 - 0,25 g d'azo bis(isobutyronitrile).

- c)** - La phase aqueuse est introduite progressivement dans la phase organique et l'ensemble est agité fortement au moyen d'un agitateur ULTRA-TURRAX™ commercialisé par IKA. L'émulsion obtenue est alors transférée dans un réacteur de
25 polymérisation, soumise à un barbotage d'azote puis refroidit à environ 5-6°C. On ajoute alors 10 ml d'une solution contenant 0,28 % en poids, d'hydroperoxyde de cumène dans le MARCOL™52, puis, après homogénéisation de la solution, une solution aqueuse de métabisulfite de sodium (2,5g dans 100 ml d'eau) à raison de
30 0,5 ml /minute pendant environ 60 minutes et en laissant monter la température jusqu'à la température de polymérisation. On maintient alors le milieu réactionnel pendant environ 90 minutes à cette température, à l'issue desquelles le mélange obtenu est refroidi jusqu'à 35° environ. On introduit lentement 24,4 g d'oléate de

sorbitan éthoxylé à 20moles (MONTANOX™ 80) et on obtient l'émulsion eau dans huile désirée.

Propriétés physiques

Viscosité dans l'eau à 3% du latex (Brookfield RVT Mobile 6, vitesse 5) :

5 $\eta = 140\,000 \text{ mPas}$

Viscosité dans l'eau à 3% du latex (Brookfield RVT Mobile 6, vitesse 20) :

$\eta = 37\,000 \text{ mPas}$.

Exemple 4 : Latex inverse d'un copolymère AMPS/acrylamide réticulé au triallylamine dans le Marcol™ 52 (Composition 4).

On opère comme à l'exemple 3, mais en remplaçant les 0,131 g de méthylène bis(acrylamide) par 1,01 g de triallylamine et l'on obtient l'émulsion eau dans huile désirée.

Evaluation des propriétés

15 Viscosité dans l'eau à 3% du latex (Brookfield RVT Mobile 6, vitesse 5)

$\eta = 170\,000 \text{ mPas}$

Viscosité dans l'eau à 3% du latex (Brookfield RVT Mobile 6, vitesse 20)

$\eta = 45\,000 \text{ mPas}$.

Exemple 5 : Latex inverse d'un homopolymère AMPS réticulé au triallylamine, dans le squalane (Composition 5)

a) - On charge dans un bécher sous agitation :

- 660 g d'une solution commerciale à 55% de 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propènyle) amino] 1-propanesulfonate de sodium,

25 - 0,45 g d'une solution aqueuse commerciale à 40% en poids de diéthylène triaminepentacétate de sodium et

- 0,5 g de triallylamine.

Le pH de cette solution aqueuse est ajustée à 5,0 par ajout d'environ 0,4 g d'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propènyle) amino] 1-propanesulfonique.

30 **b)** - On prépare une phase organique en mélangeant :

- 247,7 g de squalane

- 19,5 g de MONTANE™ 80 VG,

- 11,5 g de MONTANOX™ 81 VG et

- 0,27 g d'azo bis(isobutyronitrile).

c) - La phase aqueuse est introduite progressivement dans la phase organique et l'ensemble est agité fortement au moyen d'un agitateur ULTRA-TURRAX™ commercialisé par IKA. L'émulsion obtenue est alors transférée dans un réacteur de polymérisation, soumise à un barbotage d'azote puis refroidit à environ 5-6°C. On ajoute alors 10 ml d'une solution contenant 0,28 % en poids, d'hydroperoxyde de cumène dans le squalane, puis, après homogénéisation de la solution, une solution aqueuse de métabisulfite de sodium (2,5 g dans 100 ml d'eau) à raison de 0,5 ml /minute pendant environ 60 minutes et en laissant monter la température jusqu'à la température de polymérisation. On maintient alors le milieu réactionnel pendant environ 90 minutes à cette température, à l'issue desquelles le mélange obtenu est refroidi jusqu'à 35° environ. On introduit lentement 48,1 g d'oléate de sorbitan éthoxylé à 20moles (MONTANOX™ 80) et on obtient l'émulsion eau dans huile désirée.

15 Propriétés physiques

Viscosité dans l'eau à 3% du latex (Brookfield RVT Mobile 6, vitesse 5) :

$\eta = 70\,000$ mPas

Viscosité dans l'eau à 3% du latex (Brookfield RVT Mobile 6, vitesse 20) :

$\eta = 20\,000$ mPas.

20

Exemple 6 : Latex inverse d'un copolymère AMPS/acrylamide réticulé au triallylamine dans le squalane (Composition 6).

On opère comme à l'exemple 1, mais en remplaçant les 0,09 g de méthylène bis(acrylamide) par 1,01 g de triallylamine et les 48,1 g de MONTANOX™ 80 par 40 g de SIMULSOL™ SL8 et l'on obtient l'émulsion eau dans huile désirée.

25 Propriétés physiques

Viscosité dans l'eau à 3% du latex (Brookfield RVT Mobile 6, vitesse 5) :

$\eta = 105\,000$ mPas

Viscosité dans l'eau à 3% du latex (Brookfield RVT Mobile 6, vitesse 20) :

30 $\eta = 34\,000$ mPas.

Exemple 7 : Latex inverse d'un copolymère AMPS/acrylamide réticulé au triallylamine, dans l'isohexadécane (Composition 7).

a) - On charge dans un bécher sous agitation :

- 80 g d'eau permutée,
- 95,96 g d'une solution aqueuse à 48% en poids, d'hydroxyde de sodium
- 253,8 g d'une solution commerciale d'acrylamide à 50%,
- 5 - 246,7 g d'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propanesulfonique,
- 0,45 g d'une solution aqueuse commerciale à 40% en poids de diéthylène-triaminepentacétate de sodium et
- 1,01 g de triallylamine.

10 Le pH de cette solution aqueuse est ajusté à 5,0 et la phase aqueuse est complétée jusqu'à 682 g par ajout d'eau permutée.

b) - On prépare une phase organique en mélangeant :

- 220 g d'isohexadécane,
- 21 g de MONTANETM 80 VG, et
- 15 - 0,2 g d'azo bis(isobutyronitrile).

c) - La phase aqueuse est introduite progressivement dans la phase organique et l'ensemble est agité fortement au moyen d'un agitateur ULTRA-TURRAXTM commercialisé par IKA. L'émulsion obtenue est alors transférée dans un réacteur de polymérisation, soumise à un barbotage d'azote puis refroidit à environ 5-6°C. On

20 ajoute alors 5 ml d'une solution contenant 0,28 % en poids, d'hydroperoxyde de cumène dans l'isohexadécane, puis, après homogénéisation de la solution, une solution aqueuse de métabisulfite de sodium (2,5 g dans 100 ml d'eau) à raison de 0,5 ml /minute pendant environ 60 minutes et en laissant monter la température jusqu'à la température de polymérisation. On maintient alors le milieu réactionnel

25 pendant environ 90 minutes à cette température, à l'issue desquelles le mélange obtenu est refroidi jusqu'à 35° environ. On introduit lentement 50 g d'oléate de sorbitan éthoxylé à 20moles (MONTANOXTM 80) et on obtient l'émulsion eau dans huile désirée.

Propriétés physiques

30 Viscosité dans l'eau à 2% du latex (Brookfield RVT Mobile 6, vitesse 5) :

$\eta = 69\,000$ mPas

Viscosité dans l'eau à 2% du latex (Brookfield RVT Mobile 6, vitesse 20) :

$\eta = 23\,450$ mPas.

B Propriétés des compositions selon l'invention**a - Stabilité à la température**

- 5 On a préparé un gel crème comprenant 3% de composition 4 et 20% de cétéaryl octanoate et mesuré la viscosité

Les résultats sont consignés dans le tableau suivant :

| | Viscosité Brookfield LVT 6rpm (en mPas) | |
|---------------|---|---------|
| | A température ambiante | A 50°C |
| Après 1 jour | 100 000 | 100 000 |
| Après 7 jours | 100 000 | 100 000 |
| Après 1 mois | 100 000 | 100 000 |

10 **b) - Stabilité au rayonnement UV**

On constate que le gel préparé avec la composition 4 est très stable UV; car sa viscosité n'a pas varié après 14 jours d'exposition.

c) - Influence du pH sur la viscosité

- 15 La viscosité du gel crème préparé avec la composition 4 est très stable au pH dans l'intervalle pH = 3 à pH = 8

d) Etude comparative de la tolérance cutanée

- 20 La tolérance locale épicutanée d'une série de gels-crèmes, contenant 3 % et 5 % en poids d'une des compositions 1 à 7 préparées comme décrit ci-dessus, a été déterminée et comparée à celle observée avec un latex inverse d'un copolymère AMPS/acrylamide réticulé au méthylène bis(acrylamide), dans l'ISOPAR™ M (Composition A). selon le protocole suivant :

- 25 On applique la composition à tester, une surface d'environ 50 mm² de la région sous-capulaire gauche, de la peau (de type "peau japonaise") du dos de 19 volontaires sains. Le contact est maintenu pendant 48 heures sous timbre occlusif.

Cette application est aussi réalisée dans les mêmes conditions avec un timbre seul (sans composition) en tant que témoin négatif.

- L'observation clinique de la surface de peau ainsi traitée est réalisée 30 minutes puis 24 heures après la dépose desdits timbres. Ces observations sont faites par comparaison à la surface non traitée témoin négatif.

- La quantification de l'irritation cutanée, selon une échelle numérique allant de 0 à 4 (0 : pas d'effet ; 1 : effet très léger ; 2 : effet net ; 3 et 4 : effet modéré à sévère selon les réactions), est réalisée pour chacune des réactions éventuellement observées à savoir : érythème, œdème, vésicules, sécheresse de la peau, rugosité de la peau et la réflectivité de la peau.

Les indices de tolérance cutanée (IC), consignés dans le tableau suivant, expriment la moyenne de la somme des effets quantifiés relevés sur chaque volontaire :

IC = 0 signifie qu'aucune irritation n'a été observée,

- IC \leq 0,5 signifie que le produit est statistiquement bien toléré,

IC > 0,5 signifie que le produit engendre une intolérance.

| | indice de tolérance cutanée | |
|---------------|-----------------------------|----------|
| | gel à 3% | gel à 5% |
| Composition 1 | 0,11 | 0,21 |
| Composition 2 | 0,89 | 0,63 |
| Composition 3 | 0,26 | 0,26 |
| Composition 4 | 0,26 | 0,26 |
| Composition 7 | 0,32 | 1,0 |
| Composition A | 2,42 | 3,20 |

- Ces résultats montrent que de façon inattendue, le squalane, le polyisobutène hydrogéné, l'isohexadécane et le MARCOL™52, potentialisent la tolérance cutanée polymère du latex inverse.

C) Exemples de formulations préparées avec les compositions selon l'invention

Exemple 8 : Crème de soin

| | | |
|----|------------------------|-------------|
| 5 | Cyclométhicone : | 10% |
| | Composition 4 : | 0,8% |
| | MONTANOV™ 68 : | 2% |
| | alcool stéarylique : | 1% |
| | alcool stéarique : | 0,5% |
| 10 | conservateur : | 0,65% |
| | Lysine : | 0,025% |
| | EDTA (sel disodique) : | 0,05% |
| | Gomme de xanthane : | 0,2% |
| | Glycérine : | 3 % |
| 15 | Eau : | q.s.p. 100% |

Exemple 9 : Baume après-rasage

FORMULE

| | | |
|----|---------------------|-------------|
| A | Composition 4 : | 1,5% |
| 20 | Eau : | q.s.p. 100% |
| B | MICROPEARL™ M 100 : | 5,0% |
| | SEPICIDE™ CI : | 0,50% |
| | Parfum : | 0,20% |
| | éthanol 95° : | 10,0% |

MODE OPERATOIRE

Ajouter B dans A.

Exemple 10 : Emulsion satinée pour le corps

FORMULE

| | | | |
|----|---|----------------------|-------|
| 30 | A | SIMULSOL™ 165 : | 5,0% |
| | | LANOL™ 1688 : | 8,50% |
| | | beurre de Karité : | 2% |
| | | huile de paraffine : | 6,5% |

| | | |
|-----|-----------------------------------|-------|
| | LANOL™ 14M : | 3% |
| | LANOL™ S : | 0,6% |
| B | eau : | 66,2% |
| C | MICROPEARL™ M 100 : | 5% |
| 5 D | Composition 3 : | 3% |
| E | SEPICIDE™ CI : | 0,3% |
| | SEPICIDE™ HB : | 0,5% |
| | MONTEINE™ CA : | 1% |
| | Parfum : | 0,20% |
| 10 | acétate de vitamine E : | 0,20% |
| | Sodium pyrrolidinonecarboxylate : | 1% |

MODE OPERATOIRE

Ajouter C dans B, émulsionner B dans A à 70°C, puis ajouter D à 60°C puis E à 30°C.

15

Exemple 11 : Crème H/E**FORMULE**

| | | |
|----|-----------------|-------------|
| A | SIMULSOL™ 165 : | 5,0% |
| | LANOL™ 1688 : | 20,0% |
| 20 | LANOL™ P : | 1,0% |
| B | eau : | q.s.p. 100% |
| C | Composition 3 : | 2,50% |
| D | SEPICIDE™ CI : | 0,20% |
| | SEPICIDE™ HB : | 0,30% |

25 MODE OPERATOIRE

Introduire B dans A vers 75°C ; ajouter C vers 60°C, puis D vers 45°C.

Exemple 12 : gel solaire non gras**FORMULE**

| | | |
|------|-----------------|-------|
| 30 A | Composition 5 : | 3,00% |
| | Eau : | 30% |
| B | SEPICIDE™ CI : | 0,20% |
| | SEPICIDE™ HB : | 0,30% |

| | | |
|---|---------------------|-------------|
| | Parfum : | 0,10% |
| C | colorant : | q.s.p. |
| | eau: | 30% |
| D | MICROPEARL™ M 100 : | 3,00% |
| 5 | Eau : | q.s.p. 100% |
| E | huile de silicone : | 2,0% |
| | PARSOL™ MCX : | 5,00% |

MODE OPERATOIRE

Introduire B dans A; ajouter C, puis D, puis E.

10

Exemple 13 : Lait solaire**FORMULE**

| | | |
|----|-------------------|-------------|
| A | MONTANOV™ S : | 3,0% |
| | huile de sésame : | 5,0% |
| 15 | PARSOL™ MCX : | 5,0% |
| | Carraghénane λ : | 0,10% |
| B | eau : | q.s.p. 100% |
| C | Composition 1 : | 0,80% |
| D | Parfum : | q. s. |
| 20 | Conservateur : | q. s. |

MODE OPERATOIRE

Emulsionner B dans A à 75°C puis ajouter C vers 60°C, puis D vers 30°C et ajuster le pH si nécessaire

25 Exemple 14 : Gel de massage**FORMULE**

| | | |
|----|---------------------|----------------|
| A | Composition 2 : | 3,5% |
| | Eau : | 20,0% |
| B | colorant : | 2 gouttes/100g |
| 30 | Eau : | q.s. |
| C | alcool : | 10% |
| | Menthol : | 0,10% |
| D | huile de silicone : | 5,0% |

MODE OPERATOIRE

Ajouter B dans A, puis ajouter au mélange, C puis D

Exemple 15 : Fond de teint hydratant et matifiant**5 FORMULE**

| | | | |
|----|---|------------------------------|-------------|
| 10 | A | eau : | 20,0% |
| | | Butylène glycol : | 4,0% |
| | | PEG-400 : | 4,0% |
| | | PECOSIL™ PS100 : | 1,0% |
| | | NaOH : | q.s. pH = 9 |
| | | Dioxyde de titane : | 7,0% |
| | | Talc : | 2,0% |
| | | Oxyde de fer jaune : | 0,8% |
| | | Oxyde de fer rouge : | 0,3% |
| | | Oxyde de fer noir : | 0,05% |
| | B | LANOL™ 99 : | 8% |
| | | Caprylic capric triglycérade | 8% |
| | | MONTANOV™ 202 : | 5,00 % |
| 20 | C | eau : | q.s.p. 100% |
| | | MICROPEARL™ M305 : | 2,0% |
| | | EDTA tétrasodé : | 0,05% |
| | D | Cyclométhicone : | 4,0% |
| | | Gomme de Xanthane : | 0,2% |
| | | Composition 4 : | 0,8% |
| 25 | E | SEPICIDE™ HB : | 0,5% |
| | | SEPICIDE CI : | 03% |
| | | Parfum : | 0,2% |

MODE OPERATOIRE

30 préparer à 80°C, les mélanges B + D et A + C, puis mélanger et émulsionner l'ensemble.

Exemple 16 : Gel coup d'éclat**FORMULE**

| | | | |
|----|---|--------------------------------------|-------------|
| | A | Composition 6 : | 4% |
| | | Eau : | 30% |
| | B | ELASTINE HPM : | 5,0% |
| | C | MICROPEARL™ M 100 : | 3% |
| 5 | | Eau : | 5% |
| | D | SEPICIDE™ CI : | 0,2% |
| | | SEPICIDE™ HB : | 0,3% |
| | | Parfum : | 0,06% |
| | | Sodium pyrolidinonecarboxylate 50% : | 1% |
| 10 | | Eau : | q.s.p. 100% |

MODE OPERATOIRE

Préparer A ; additionner B, puis C, puis D.

Exemple 17 : Lait corporel**15 FORMULE**

| | | |
|----|----------------------|------------|
| | MONTANOV™ S : | 3,5% |
| | LANOL™ 37T : | 8,0% |
| | SOLAGUM™ L : | 0,05% |
| | Eau : | q.s.p.100% |
| 20 | Benzophénone : | 2,0% |
| | diméthicone 350cPs : | 0,05% |
| | Composition 5 : | 0,8% |
| | conservateur : | 0,2% |
| | parfum : | 0,4% |

25

Exemple 18 : Emulsion démaquillante à l'huile d'amandes douces**FORMULE**

| | | |
|----|--------------------------|------------|
| | MONTANOV™ 68 : | 5% |
| | huile d'amandes douces : | 5% |
| 30 | eau : | q.s.p.100% |
| | Composition 4 : | 0,3% |
| | glycérine : | 5% |
| | conservateur : | 0,2% |

parfum : 0,3%

Exemple 19 : Crème hydratante pour peaux grasses

FORMULE

| | | |
|----|-------------------------|-------------|
| 5 | MONTANOV™ 68 : | 5% |
| | Cétylstéaryloctanoate : | 8% |
| | octyl palmitate : | 2% |
| | eau : | q.s.p. 100% |
| | Composition 3 : | 0,6% |
| 10 | MICROPEARL™ M100 : | 3,0% |
| | Mucopolysaccharides : | 5% |
| | SEPICIDE™ HB : | 0,8% |
| | Parfum : | 0,3% |

15 Exemple 20 : Baume après-rasage apaisant sans alcool

FORMULE

| | | |
|----|--------------------------|-------------|
| A | LIPACIDE™ PVB : | 1,0% |
| | LANOL™ 99 : | 2,0% |
| | Huile d'amandes douces : | 0,5% |
| 20 | B Composition 4 : | 3,5% |
| C | eau : | q.s.p. 100% |
| D | parfum : | 0,4% |
| | SEPICIDE™ HB : | 0,4% |
| | SEPICIDE™ CI : | 0,2% |

25

Exemple 21 : Crème aux AHA pour peaux sensibles

FORMULE

| | | |
|----|--|---------------|
| | mélange de lauryl aminoacides : | 0,1% à 5% |
| | aspartate de magnésium et de potassium : | 0,002% à 0,5% |
| 30 | LANOL™ 99 : | 2% |
| | MONTANOV™ 68 : | 5,0% |
| | Eau : | q.s.p. 100% |
| | Composition 2 : | 1,50% |

| | | |
|---|--------------------|-------|
| | acide gluconique : | 1,50% |
| | tri éthylamine : | 0,9% |
| | SEPICIDE™ HB : | 0,3% |
| | SEPICIDE™ CI : | 0,2% |
| 5 | Parfum : | 0,4% |

Exemple 22 : SoIn apaisant après soleil**FORMULE**

| | | |
|----|--|---------------|
| | mélange de lauryl aminoacides : | 0,1% à 5% |
| 10 | aspartate de magnésium et de potassium : | 0,002% à 0,5% |
| | LANOL™ 99 : | 10,0% |
| | Eau : | q.s.p. 100% |
| | Composition 4 : | 2,50% |
| | SEPICIDE™ HB : | 0,3% |
| 15 | SEPICIDE™ CI : | 0,2% |
| | Parfum : | 0,4% |
| | Colorant : | 0,03% |

Exemple 23 : Lait démaquillant**FORMULE**

| | | |
|----|--------------------------|-------------|
| | SEPIPERL™ N : | 3% |
| | PRIMOL™ 352 : | 8,0% |
| | huile d'amandes douces : | 2 % |
| | eau : | q.s.p. 100% |
| 25 | Composition 2 : | 0,8% |
| | conservateur : | 0,2% |

Exemple 24 : Emulsion fluide à pH alcalin

| | | |
|----|-----------------|-------------|
| | MARCOL™ 82 : | 5,0% |
| 30 | NaOH : | 10,0% |
| | Eau : | q.s.p. 100% |
| | Composition 1 : | 1,5% |

Exemple 25 : Fond de teint fluide**FORMULE**

| | | |
|----|---------------------------------|-------------|
| | SIMULSOL™ 165 : | 5,0% |
| | LANOL™ 84D : | 8,0% |
| 5 | LANOL™ 99 : | 5,0% |
| | Eau : | q.s.p. 100% |
| | pigments et charges minérales : | 10,0% |
| | Composition 1 : | 1,2% |
| | conservateur : | 0,2% |
| 10 | parfum : | 0,4% |

Exemple 26 : Lait solaire**FORMULE**

| | | |
|----|-----------------|-------------|
| | SEPIPERL™ N : | 3,5% |
| 15 | LANOL™ 37T : | 10,0% |
| | PARSOL™ MCX : | 5,0% |
| | EUSOLEX™ 4360 : | 2,0% |
| | Eau : | q.s.p. 100% |
| | Composition 4 : | 1,8% |
| 20 | conservateur : | 0,2% |
| | parfum : | 0,4% |

Exemple 27 : Gel contour des yeux**FORMULE**

| | | |
|----|-----------------------------------|-------------|
| 25 | Composition 1 : | 2,0% |
| | Parfum : | 0,06% |
| | Sodium pyrrolidinonecarboxylate : | 0,2% |
| | DOW CORNING™ 245 Fluid : | 2,0% |
| | Eau : | q.s.p. 100% |
| 30 | | |

Exemple 28 : Composition de soin non rincée**FORMULE**

| | |
|-----------------|------|
| Composition 6 : | 1,5% |
|-----------------|------|

| | | |
|---|------------------------|-------------|
| | Parfum : | q.s |
| | Conservateur : | q.s |
| | DOW CORNING™ X2 8360 : | 5,0% |
| | DOW CORNING™ Q2 1401 : | 15,0% |
| 5 | Eau : | q.s.p. 100% |

Exemple 29 : Gel amincissant

| | | |
|----|---------------------|-------------|
| | Composition 6 : | 5% |
| | Ethanol : | 30% |
| 10 | Menthol : | 0,1% |
| | Caféine : | 2,5% |
| | extrait de ruscus : | 2% |
| | extrait de lierre : | 2% |
| | SEPICIDE™ HP : | 1% |
| 15 | Eau: | q.s.p. 100% |

Exemple 30 : Gel crème teinté ultra naturel**FORMULE**

| | | | |
|----|---|------------------------------|-------------|
| | A | eau : | 10,0% |
| 20 | | Butylène glycol : | 4,0% |
| | | PEG-400 : | 4,0% |
| | | PECOSIL™ PS100 : | 1,5% |
| | | NaOH : | q.s. pH = 7 |
| | | Dioxyde de titane : | 2,0% |
| 25 | | Oxyde de fer jaune : | 0,8% |
| | | Oxyde de fer rouge : | 0,3% |
| | | Oxyde de fer noir : | 0,05% |
| | B | LANOL™ 99 : | 4,0% |
| | | Caprylic capric triglycéride | 4,0% |
| 30 | | SEPIFEEL™ ONE : | 1,0% |
| | | Composition 2 : | 3,0% |
| | C | eau : | q.s.p. 100% |
| | | MICROPEARL™ M305 : | 2,0% |

| | | |
|---|------------------|-------|
| | EDTA tétrasodé : | 0,05% |
| | Cyclométhicone : | 4,0% |
| D | SEPICIDE™ HB : | 0,5% |
| | SEPICIDE CI : | 03% |
| 5 | Parfum : | 0,2% |

MODE OPERATOIRE

préparer le mélange B + C puis ajouter A puis D.

Exemple 31 : Soin pour les peaux grasses**10 FORMULE**

| | | | |
|----|---|-------------------------|-------------|
| | A | MICROPEARL™ M310 : | 1,0% |
| | | Composition 4 : | 5,0% |
| | | Isononanoate d'octyle : | 4.0% |
| | B | eau : | q.s.p. 100% |
| 15 | C | SEPICONTROL™ A5 : | 4,0% |
| | | Parfum : | 0,1% |
| | | SEPICIDE™ HB : | 0,3% |
| | | SEPICIDE™ CI : | 0,2% |
| | D | CAPIGEL™ 98 : | 0,5% |
| 20 | | Eau : | 10% |

Exemple 32 : Crème aux AHA**FORMULE**

| | | | |
|----|---|-------------------------|-------------|
| | A | MONTANOV™ 68 : | 5,0% |
| 25 | | LIPACIDE™ PVB: | 1,05% |
| | | LANOL™ 99 : | 10,0% |
| | B | eau : | q.s.p. 100% |
| | | Acide gluconique : | 1,5% |
| | | TEA (triéthanolamine) : | 0,9% |
| 30 | C | Composition 2 : | 1,5% |
| | D | parfum: | 0,4% |
| | | SEPICIDE™ HB: | 0,2% |
| | | SEPICIDE™ CI: | 0,4% |

Exemple 33 : Autobronzant non gras pour visage et corps**FORMULE**

| | | | |
|----|---|------------------------------|-------------|
| | A | LANOL™ 2681 : | 3,0% |
| 5 | | Composition 4 : | 2,5% |
| | B | eau : | q.s.p. 100% |
| | | Dihydroxyacétone : | 3,0% |
| | C | parfum : | 0,2% |
| | | SEPICIDE™ HB : | 0,8% |
| 10 | | NaOH (hydroxyde de sodium) : | q.s pH = 5 |

Exemple 34 : Lait solaire au monoï de Tahiti**FORMULE**

| | | | |
|----|---|-------------------|-------------|
| | A | Monoï de Tahiti : | 10% |
| 15 | | LIPACIDE™ PVB : | 0,5% |
| | | Composition 5 : | 2,2% |
| | B | eau : | q.s.p. 100% |
| | C | parfum : | 0,1% |
| | | SEPICIDE™ HB : | 0,3% |
| 20 | | SEPICIDE™ CI : | 0,1% |
| | | PARSOL™ MCX : | 4,0% |

Exemple 35 : Soins solaire pour le visage**FORMULE**

| | | | |
|----|---|----------------------------------|-----------------|
| 25 | A | Cyclométhicone et diméthiconol : | 4,0% |
| | | Composition 2 : | 3,5% |
| | B | eau : | q.s.p. 100% |
| | C | parfum : | 0,1% |
| | | SEPICIDE™ HB : | 0,3% |
| 30 | | SEPICIDE™ CI : | 0,21% |
| | | PARSOL™ MCX : | 5,0% |
| | | Micatitane : | 2,0% |
| | | Acide lactique : | q.s.p. pH = 6,5 |

Exemple 36 : Emulsion bronzante sans soleil**FORMULE**

| | | | |
|----|---|-------------------------|-------------|
| 5 | A | LANOL™ 99 : | 15% |
| | | MONTANOV™ 68 : | 5,0% |
| | | PARSOL™ MCX : | 3,0% |
| | B | eau : | q.s.p. 100% |
| | | Dihydroxyacétone : | 5,0% |
| | | Phosphate monosodique : | 0,2% |
| 10 | C | Composition 4 : | 0,5% |
| | D | parfum : | 0,3% |
| | | SEPICIDE™ HB : | 0,8% |
| | | NaOH : | q. s. pH=5. |

15 Les caractéristiques des produits utilisés dans les exemples précédents, sont les suivantes :

Le MONTANOV™ 68 (cétéaryl glucoside, alcool cétéarylique), est une composition auto-émulsionnable telle que celles décrites dans WO 92/06778, commercialisée par la société SEPPIC.

20 Le MONTANOV™ 202 (arachidyl glucoside, alcool arachydilique + alcool bénylique), est une composition auto-émulsionnable telle que celles décrites dans WO 98/17610, commercialisée par la société SEPPIC.

Le MICROPEARL™ M 305 est une poudre hydrodispersible soyeuse à base de copolymère méthylméthacrylate réticulé.

25 Le MICROPEARL™ M 100 est une poudre ultra fine au toucher très doux et à action matifiante commercialisée par la société MATSUMO

Le SEPICIDE™ CI, imidazoline urée, est un agent conservateur commercialisé par la société SEPPIC.

PEMULEN™ TR est un polymère acrylique commercialisé par GOODRICH.

30 Le SIMULSOL™ 165 est du stéarate de glycérol auto-émulsionnable commercialisée par la société SEPPIC.

Le LANOL™ 1688 est un ester émollient à effet non gras commercialisé par la société SEPPIC.

Le LANOL™ 14M et le LANOL™ S sont des facteurs de consistance commercia-

lisés par la société SEPPIC.

Le SEPICIDE™ HB , qui est un mélange de phénoxyéthanol, de méthylparaben, d'éthylparaben, de propylparaben et de butylparaben, est un agent conservateur commercialisé par la société SEPPIC.

- 5 Le MONTEINE™ CA est un agent hydratant commercialisé par la société SEPPIC.

Le SCHERCEMOL™ OP est un ester émollient à effet non gras.

Le LANOL™ P est un additif à effet stabilisant commercialisé par la société SEPPIC.

- 10 Le SEPIPERL™ N est un agent nacrant, commercialisé par la société SEPPIC, à base d'un mélange d'alkyl polyglucosides tels que ceux décrits dans WO 95/13863.

Le MONTANOV™ S est un agent nacrant, commercialisé par la société SEPPIC, à base d'un mélange d'alkyl polyglucosides tels que ceux décrits dans WO

- 15 95/13863.

Le PECOSIL™ PS100 est du diméthicone copolyol phosphate commercialisé par la société PHOENIX.

Le LANOL™ 99 est de l'isononyl isononanoate commercialisé par la société SEPPIC.

- 20 Le LANOL™ 37T est du triheptanoate de glycérol, commercialisé par la société SEPPIC.

Le SEPIFEEL™ ONE est un mélange de palmitoylproline, de palmitoyl glutamate de magnésium et de palmitoyl sarcosinate de magnésium, tel que ceux décrits dans FR 2787323.

- 25 Le SOLAGUM™ L est un carraghénane commercialisé par la société SEPPIC.

Le MARCOL™ 82 est une huile de paraffine commercialisée par la société ESSO.

Le LANOL™ 84D est du malate de dioctyle commercialisé par la société SEPPIC.

Le PARSOL™ MCX est du paraméthoxycinnamate d'(éthyl hexyle) commercialisé par la société GIVAUDAN.

- 30 L' EUSOLEX™ 4360 est de la benzophénone-3 commercialisé par la société MERCK.

Le DOW CORNING™ 245 Fluid est de la cyclométhicone, commercialisée par la société DOW CORNING.

Le LIPACIDE™ PVB, est un hydrolysate de protéines de blé palmitoylé, est commercialisée par la société SEPPIC.

Le SEPICONTROL™ A5 est un mélange capryloyl glycine, sarcosine, extrait de cinnamon zylanicum, commercialisé par la société SEPPIC, tel que ceux décrits
5 dans la demande internationale de brevet PCT/FR98/01313 déposée le 23 juin 1998.

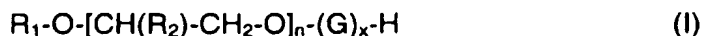
Le CAPIGEL™ 98 est un copolymère d'acrylates commercialisé par la société SEPPIC.

Le LANOL™ 2681 est un mélange caprylate, caprate de coprah, commercialisé
10 par la société SEPPIC.

REVENDEICATIONS

1. Composition comprenant une phase huile, une phase aqueuse, au moins un agent émulsifiant de type eau dans huile (E/H), au moins un agent émulsifiant
5 de type huile dans eau (H/E), sous forme d'un latex inverse auto-inversible comprenant de 20% à 70% en poids, et de préférence de 25% à 50% en poids, d'un polyélectrolyte branché ou réticulé, caractérisé en ce que ledit polyélectrolyte est, soit un homopolymère à base d'un monomère possédant une fonction acide fort partiellement ou totalement salifiée, soit un copolymère à base d'au moins un mo-
10 nomère possédant une fonction acide fort partiellement ou totalement salifiée, copolymérisé avec l'acrylamide et caractérisé en ce que le solvant constitutif de la phase huile est choisi parmi les huiles blanches minérales, le squalane, le polyisobutène hydrogéné, l'isohexadécane ou l'isododécane.
2. Composition telle que définie à la revendication 1, dans laquelle le sol-
15 vant constitutif de la phase huile est une huile blanche minérale et plus particulièrement le MARCOL™ 52.
3. Composition telle que définie à la revendication 1, caractérisé en ce que le solvant constitutif de la phase huile est le polyisobutène hydrogéné.
4. Composition telle que définie à la revendication 1, caractérisé en ce que
20 le solvant constitutif de la phase huile est le squalane.
5. Composition telle que définie à la revendication 1, caractérisé en ce que le solvant constitutif de la phase huile est l'isohexadécane.
6. Composition telle que définie à la revendication 1, caractérisé en ce que le solvant constitutif de la phase huile est l'isododécane.
- 25 7. Composition telle que définie à l'une quelconques des revendications 1 à 6, dans laquelle le ou les agents émulsifiants du type eau dans huile, sont choisis parmi le monooléate de sorbitan, l'isostéarate de sorbitan ou l'oléate de sorbitan éthoxylé avec 5 moles d'oxyde d'éthylène.
8. Composition telle que définie à l'une quelconques des revendications 1 à
30 7, dans laquelle le ou les agents émulsifiants du type huile dans eau sont choisis parmi l'oléate de sorbitan éthoxylé avec 20 moles d'oxyde d'éthylène, l'huile de ricin éthoxylée à 40 moles d'oxyde d'éthylène, le laurate de sorbitan éthoxylé à 20 moles d'oxyde d'éthylène, l'alcool laurique éthoxylé à 7 moles d'oxyde d'éthylène.

9. Composition telle que définie à l'une quelconques des revendications 1 à 8, dans laquelle le ou les agents émulsifiants du type huile dans eau sont choisis les composés de formule (I) :



5 dans laquelle R_1 représente un radical hydrocarboné linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé comprenant de 1 à 30 atomes de carbones, R_2 représente un atome d'hydrogène ou radical alkyle comprenant 1 ou 2 atomes de carbone, G représente le reste d'un saccharide, x représente un nombre décimal compris entre 1 et 5, et n est égal, soit à zéro, soit à un nombre compris entre 1 et 30.

10 10. Composition telle que définie à la revendication 9, pour laquelle, dans la formule (I), le nombre x est compris entre 1 et 3, plus particulièrement entre 1,05 et 2,5, tout particulièrement entre 1,1 et 2,0 et de préférence, inférieur ou égal à 1,5.

15 11. Composition telle que définie à l'une des revendications 9 ou 10 pour laquelle, dans la formule (I), G représente le reste du glucose ou le reste du xylose et n est égal à 0.

20 12. Composition telle que définie à l'une quelconque des revendications 9 à 11, pour laquelle, dans la formule (I), R_1 représente un radical comportant de 8 à 18 atomes de carbone et plus particulièrement un radical octyle, décyle, undécyle, dodécyle, tétradécyle ou hexadécyle, lesdits radicaux étant linéaires ou ramifiés.

13. Composition telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à 12 pour laquelle, la fonction acide fort du monomère en comportant est la fonction acide sulfonique ou la fonction acide phosphonique partiellement ou totalement salifiée.

25 14. Composition telle que définie à la revendication 13, pour laquelle le monomère à fonction acide fort est l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propanesulfonique partiellement ou totalement salifiée sous forme de sel de sodium, de potassium, d'ammonium ou de monoéthanolamine.

30 15. Composition telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à 14, dans laquelle le polyélectrolyte est un copolymère comportant en proportions molaires de 30% à 50% d'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propanesulfonique salifié sous forme de sel de sodium ou de sel d'ammonium et de 50% à 70% d'acrylamide.

16. Composition telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à 14, dans laquelle le polyélectrolyte est un homopolymère d'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propanesulfonique salifié sous forme de sel de sodium ou de sel d'ammonium.

5 17. Composition telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à 16, caractérisée en ce que le polyélectrolyte est réticulé et/ou branché avec un composé diéthylénique ou polyéthylénique dans la proportion molaire exprimée par rapport aux monomères mis en œuvre, de 0,005% à 1%, et de préférence de 0,01 % à 0,5 % et, plus particulièrement de 0,1 % à 0,25 %.

10 18. Composition telle que définie à la revendication 17, caractérisée en ce que l'agent de réticulation et/ou de ramification est choisi parmi l'acide diallyloxyacétique ou un de ses sels comme le diallyloxyacétate de sodium, le diméthacrylate d'éthylèneglycol, le diacrylate d'éthylèneglycol, le diallyl urée, le triméthylol propa-
netriacrylate, le méthylène bis(acrylamide) ou le triallylamine.

15 19. Composition telle que définie à la revendication 18, caractérisée en ce que l'agent de réticulation et/ou de ramification est le triallylamine.

20. Composition telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à 19, caractérisée qu'elle contient de 4% à 10% en poids, d'agents émulsifiants.

20 21. Composition telle que définie à la revendication 20, dans laquelle de 20% à 50% et plus particulièrement de 25% à 40% du poids total des émulsifiants sont du type eau dans huile et de 80% à 50% et plus particulièrement de 75 à 60% en poids sont du type huile dans eau.

25 22. Composition telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à 21, caractérisée en ce que la phase huile représente de 15% à 40%, et de préférence de 20% à 25%, de son poids total.

23. Composition telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à 22, caractérisée en ce qu'elle comporte en outre, un ou plusieurs additifs choisis parmi les agents complexant, les agents de transfert ou les agents limiteurs de chaînes.

30 24. Composition cosmétique, dermocosmétique, dermopharmaceutique ou pharmaceutique, caractérisée en ce qu'elle comprend de 0,1 % à 10 % en poids, de la composition telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à 23.

25 Composition cosmétique, dermocosmétique, dermopharmaceutique ou

pharmaceutique telle que définie à la revendication 24, sous la forme d'un lait, d'une lotion, d'un gel, d'une crème, d'un savon, d'un bain moussant, d'un baume, d'un shampoing ou d'un après shampoing.

26. Utilisation d'une composition telle que définie à l'une des revendications 1 à 23, pour préparer des compositions cosmétiques, dermocosmétiques, dermo-pharmaceutiques ou pharmaceutiques.



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

2808446

N° d'enregistrement
nationalFA 586513
FR 0005790

| DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS | | Revendication(s) concernée(s) | Classement attribué à l'invention par l'INPI |
|---|--|----------------------------------|--|
| Catégorie | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes | | |
| D,X | FR 2 774 996 A (SEPPIC SA) 20 août 1999 (1999-08-20) * revendications 1,3,9,13-15 * * page 2, ligne 18 - ligne 21 * * page 3, ligne 27 - page 4, ligne 2 * * exemples 1,21 * --- | 1,2,5,7, 8,23-26 | A61K47/32 A61K7/48 A61K9/107 |
| D,A | FR 2 782 086 A (SEPPIC SA) 11 février 2000 (2000-02-11) * revendications 1,14-16 * * page 2, ligne 27 - page 3, ligne 6 * * page 4, ligne 12 - ligne 17 * * exemples 1,21 * --- | 1 | |
| D,A | FR 2 774 688 A (SEPPIC SA) 13 août 1999 (1999-08-13) * revendications 1,4,13,18-20 * * page 2, ligne 20 - ligne 23 * * page 4, ligne 13 - ligne 18 * * exemples 1,21 * --- | 1 | |
| D,A | FR 2 721 511 A (SEPPIC SA) 29 décembre 1995 (1995-12-29) * revendication 1 * * exemple 9 * --- | 1,2 | DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7) C08J A61K |
| A | US 5 185 395 A (ROBINSON PETER M ET AL) 9 février 1993 (1993-02-09) * revendications 1,2 * --- | 1 | |
| E | FR 2 785 801 A (SEPPIC SA) 19 mai 2000 (2000-05-19) * revendications 1-11 * --- | 1,5,26 | |
| E | WO 00 32639 A (SEPPIC SA ;MALLO PAUL (FR); TABBACHI GUY (FR)) 8 juin 2000 (2000-06-08) * revendications 1,5,8,10-13 * --- | 1,2,5-8, 26 | |
| -/-- | | | |
| Date d'achèvement de la recherche | | Examineur | |
| 26 janvier 2001 | | Hillebrand, G | |
| <p>CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p> | | | |

4

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

2808446

N° d'enregistrement
nationalFA 586513
FR 0005790

| DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS | | Revendication(s) concernée(s) | Classement attribué à l'invention par l'INPI |
|--|--|--|---|
| Catégorie | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes | | |
| E | EP 1 010 708 A (SEPPIC SA) 21 juin 2000 (2000-06-21) * revendications 6,7,13,17,21 * * page 2, ligne 12 - ligne 19 * ----- | 1,2,6-8, 26 | |
| | | | DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7) |
| | | | |
| Date d'achèvement de la recherche | | Examineur | |
| 26 janvier 2001 | | Hillebrand, G | |
| CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS | | | |
| X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire | | T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant | |

THIS PAGE BLANK (USPTO)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)